#### METHOD FOR SEALING END OF HOLLOW YARN MEMBRANE

Publication number: JP63171607 Publication date: 1988-07-15

Inventor: TOYOO

TOYOOKA SHINICHI; OKITA KOICHI; ASAKO

SHIGERU; YAMADA KATSUYA

Applicant:

SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES

Classification:
- International:

B01D63/02; B01D63/02; (IPC1-7): B01D13/01

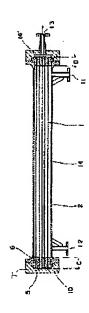
- European:

Application number: JP19860312428 19861230 Priority number(s): JP19860312428 19861230

Report a data error here

#### Abstract of JP63171607

PURPOSE:To prevent damaging of hollow yarn membranes by a hard sealing material, yarn membranes by a hard sealing material, deformation of the soft sealing material and wicking in an upright casting method, by using the sealing material prepd. by incorporating a packing material having the sp. gr. larger than the sp. gr. of a liquid-base curable elastic material into said elastic material and centrifugally separating the packing material, thereby forming a hard layer. CONSTITUTION: The hollow yarn membranes 1 are loaded into a pressure vessel body 2 and is fixed to potting case 3 provided with tapered construction T for forming end parts. Liquid silicone rubber contg. the packing material such as, for example, calcium carbonate, is poured as the sealing material into both ends and the case is rotated at an ordinary temp. to act centrifugal force on the rubber; further, the sealing material is heated up and cured. The potting case is disassemb led after cooling and the ends are cut to open the ends of the hollow yarn membranes, by which the hard layers contg. the packing material 5 at a high ratio are formed in the open end parts of the hollow yarn membranes. Elastic material layer 6 consisting of soft silicone rubber or the like are further formed on the inside thereof. The hard layers prevent the deformation of the elastic material during pressurization and the elastic material layers prevent the damage of the hollow yarn membranes 1.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

# 19日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

# ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

昭63-171607

@Int\_Cl\_4 B 01 D 13/01 識別記号

庁内整理番号

匈公開 昭和63年(1988) 7月15日

6953-4D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

69発明の名称 中空糸膜端部の封止方法

> ②特 願 昭61-312428

22出 願 昭61(1986)12月30日

70発 明 者 出 冉 新 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株 式会社大阪製作所内 70発 明 者 晃 沖  $\blacksquare$ 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株 式会社大阪製作所内 79発明者 淺 古 茂 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株 式会社大阪製作所内 79発 明者 ili 🖽 克 弥 大阪府大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株 式会社大阪製作所内 住友電気工業株式会社 勿出 顋 人 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

蚏

弁理士 吉竹 昌司

1. 発明の名称

砂代 理 人

中空糸膜端部の封止方法

- 2 特許請求の範囲
- (1) 多数の中空糸膜の端部を遠心力を用いて封止 する方法に於いて、液状硬化性弾性体に該弾性 体よりも比重の大きな充填剤を含有させてなる 封止剤を用い、該充填剤を遠心分離することに より硬質層を形成させることを特徴とする中央 糸膜端部の封止方法。
- (2) 充填削と液状硬化性弾性体との比重差が1以 上である特許請求の範囲第(1)項記載の中空糸隙 燗部の封止方法。
- (3) 硬質層の硬さが JIS A 型硬度計で90以上で あり、その厚さが 5 mm以上である特許請求の範 囲第(1)項又は第(2)項記載の中空糸膜端部の封止 方法。
- 3.発明の詳細な説明
- (·産業上の利用分野)

中空糸膜モジュール(後述第2図参照)は、人

工腎臓における血液透析、海水淡水化における逆 浸透法さらには酸素宮化膜などのガス分離等の分 野で、透過面積が大きく、耐圧性、自己支持性に 優れるため近年盛んに開発され又利用されている。 本発明はこの種の中空系膜の端部封止方法、能

しくは遠心力を用いて、充填剤含有封止材から充 填削を遠心分離し、硬質層を形成させるととを特 徴とする封止方法に関する。

## ( 従来技術 )

一般にこの種の中空糸膜端部の封止方法は、混 合流体の各成分の分離、交換などに使用される中 空糸膜モジュールの製造における重要を技術であ

従来の中空糸膜端部の封止方法としては遠心注 型法、直立注型法が採用されている。遠心注型法 は、人工腎臓のような高度な信頼性を要求される 分野に利用され、直立注型法は工業用大型モジュ ールに用いられるのが一般的である。

封止材としては液状硬化性樹脂主として硬盤工 ポキシ樹脂が用いられているが、低圧用としてク

レタンやシリコーンなどの弾性体も使用される。

近年の中空糸膜モジュールの応用分野の拡大によって、高温高圧用途などより一層の耐久性及び 関領性の向上が要求されている。

(発明が解決しようとする問題点)

直立注型法による封止では、封止材として用いる樹脂が毛細管現象により中空糸膜細隙間を上昇するいわゆるクインキング現象による有効膜面段の減少や信頼性の低下の問題がある。このクイッキングを改善する方法として、遠心注型法が特公昭 44-5526号、特公昭 56-40602 号で開示されている。

封止材としては最も一般的に用いられるのは硬質エポキシ樹脂であるが、中空糸膜と封止材の境界部が損傷を受けやすい欠点がある。

この欠点を改善するため特公昭 5 6-30043号では中空米膜をたるませた状態でモジュール圧力容器に装着することが提案されているが、長期の耐久性ではなお問題が残る。

この中空糸膜の損傷を根本的に解消するには飲

せてなる封止材を用い、該充填削を遠心分離する ことにより硬質層を形成させることを特徴とする 中空糸膜端部封止方法である。

上記本発明に用いる中空糸膜は、混合流体の分離、交換を行なり中空糸膜モジュール用としてもしてきるものであれば特に制限はないが、例えば等のセルロース、セルロースエステルドのセルロース誘導体、ポリピニルアルコール系、ポリアラリロニトリル系、シリコーン樹脂系、ポリアクリレート系、ポリメチルメタアクリレート系、弗素樹脂系等が用いられる。

膜棉造としては多孔質膜及び非多孔質膜(非対 称孔径膜、複合膜など)のいずれても良い。また 中空糸の外径は50~5000μ程度、内径は20~ 2000μ程度のものが使用できる。

封止材は液状硬化性弾性体であればいかなるものでもよく、例えばシリコーン系、ポリクレタン 系、可撓性エポキシ樹脂等が使用される。

また充填削としては、充填制の比重が液状硬化

かい弾性体を封止材として用いれば良いが、加圧 時の弾性体の変形のため中空糸膜が損傷を受けや すくなる。

この変形防止のため中空糸膜閉口端部を、硬質発泡体、多孔性金属板などで支持する方法が用いられるが、閉口面積が減少し流量が低下する大きな欠点がある。従つて弾性体による封止は差圧が高々数kg/cd の低圧用途のみに限定される。

上記に鑑み、本発用はこのような問題点を解消 するため開発されたものである。

即ち本発明では遠心注型法において封止材を特別なものとすることにより硬質封止材における中空糸膜の損傷、 軟質封止材の変形防止及び直立注型法におけるクイッキングの問題を同時に解決できることを見出した。

以下詳細に本発明を説明する。

(問題点を解決するための手段)

即ち本発明は、多数の中空糸膜の蛸部を遠心力を用いて封止する方法において、液状硬化性弾体に、該弾性体よりも比重の大きな充填剤を含有さ

性弾性体のそれよりも大きいものであればいかなるものでも使用でき、例えば炭酸カルシウム、酸化チタン、酸化鉄、クレー、シリカ、アルミナ、石英粉末等がある。充填剤と液状硬化性弾性体との比重差が小さい場合必要な硬質層を形成させるための充填剤の遠心分離に要する時間が長くなり、また回転数を大きくする必要が生じるので、経済性、生産性を考慮すると両者の比重差は1以上にした方が望ましい。

また充填剤の添加部数は所定厚さの硬質層を形成させるに十分な量であれば特に制約はないが、 下限は遠心分離効率から20部程度、上限は物性低下、粘度上昇から100部程度が適当である。 (作用)

本発明による中空糸膜の端部封止法は、 液状硬化性弾性体に充填剤を含有してなる封止材を遠心注型することにより、 液状弾性体 が硬化する前に、充填剤を遠心分離させた後硬化させ、 中空糸膜開口端部近くに硬質層を形成させ、 さらに 鼓硬 窟の上部に飲かい弾性体層を形成させることを特徴

とする。

この硬質層は加圧時の弾性体の変形を防ぐ作用を持ち、上層の軟かい弾性体層は中空糸膜の損傷防止のためには非常に有効である。 さらには遠心 注型条件を適切に選ぶことにより急級な硬さ変化のない即ち充填剤含有率を連続的に変化させた封止部を形成することも可能であり、 応力集中による損傷を軽減できるため長期耐久性にも優れた封止方法である。

加圧時の変形を実質的に防止するには中空糸膜 開口端部に形成される硬質層の硬さが90以上( JISA型硬度計で)、厚さが5g以上であれば十 分であるが、より望ましくは硬さ95以上、厚さ 10g以上が必要である。

以下に一実施感様を具体的に説明する。まず中空糸膜をポンテイングケース内に収納し、中空糸膜が偏在しない様に両端を固定する。固定方法は少量の樹脂を両端に一次ポッテイングする方法が一般に用いられるが、この注型法は直立注型でも良い。さらには機械的な方法でも良

せても良く、接着させなくても良い。

中空糸膜モジュールの形態としては内圧方式、外圧方式のいずれにも使用できるが、外圧方式に採用すると極めて効果的である。

# ( 実施例)

以下に本発明の実施例を説明する。 実施例1. (第1、2図参照)

外表面に活性圏としてブラズマ重合膜を被覆してなる4 弗化エチレン樹脂中空条膜(1)(外径 1.2 mm) 150本を260 mm 長さに切断し、ポッテイングケースとして用いるステンレス製モジュール本体圧力容器(2)(内径 25 mm) に変数とはポルトで接続される幅部形成用のテーペー撮影にポッティングケース(3)に少量のボルトで設けたポッティングケース(3)に少量のボルトで設けたポッティングケース(3)に少量のバーンシーラントで固定した。しかる後に1204)を両端に1500 rpmの回転場(矢印)で封止材として120gの充填剤含有硬化型液状シリコーンに120gの充填剤含有硬化型液状シリコーンに1500 rpmの回転場(矢印)で対止材として1500 rpmの回転後100 でまて昇温で150分回転後100でまて昇温

**5** ...

次に液状硬化性弾性体に充填剤を添加してなる 封止材の所定量を封止材ポットからチューブを通 して中空糸膜端部に遠心注型する。ここで充填剤 が分離沈降するに十分な遠心力を所定時間作用さ せた後遠心力を作用させたままで封止材を昇温硬 化させる。

封止材の硬化が完了した後に回転を止め、冷却後ポッテイングケースを解体し、必要に応じ片端 又は両端を、所定の位置で切断することにより中 空糸膜端部を開口させる。

ことで述べた封止材の供給方法は1例であり、 各中空糸膜束の製法や中空糸膜モジュールの形状 や製法により様々な方法が考えられるのは当然の ことである。

またポッティングケースより端部封止後の中空 糸膜束を脱着した後、中空糸膜モジュールの本体 圧力容器に装着することも可能であるし、ポッティングケースは本体容器そのものを用いることも 可能である。さらには封止材を本体容器と接着さ

し、封止材を完全に硬化させた後ポッティング ケースを解体し、両端の封止部を所定寸法に切 断した(以上第1図参照)。

この中空糸膜モジュールに外圧として He/N、混合ガスを 20 kg/d 負荷し、Heの分離を試みたが、長時間の使用によつてもリークなどの不具合も発生せず、中空糸膜固有のHe 選択透過性を示し良好であった。

モジュール性能を確認後モジュールを分解し、 對止部の硬さを開べたところ、中空糸膜の開口 端部から10m厚さは硬さ95以上、さらに続 く10m厚さは90以上の硬質層が形成されて いた。封止材の最も回転中心に近い端部から5 mは硬さ30の充填剤(5)の殆んど含有されない 軟らかいシリコンゴム層(6)が形成されていた。

# 特開昭 63-171607 (4)

なお第 1 図中(7) は 導入 口、(8) は パイプ、(9) は 回転板、第 2 図中 (11) は 高圧 側入口、 (12) は 高 圧側出口、 (13) は 低圧側出口、 (14),(14') は空所 を示している。

#### 实施例2

ポリエーテルイミド系中空糸膜(外径0.85 mx)
200本及び封止材として石英粉末50部を含有させたポリクレタン(武田薬品製 HP-15)を
100g用いた他は実施例1と同様にモジュールを作製した。

この中空糸膜モジュールに He/N<sub>2</sub> 混合ガスを30 kg/dd 負荷し、He の分離夹験を行なつたが、 長時間の使用によつてもリークなどの不具合は おこらず、中空糸膜固有のHe、選択透過性を示 し良好であつた。

封止部の硬質層は95以上が7g、90以上が13g形成されており、 飲質層は5g厚さに彼り硬さ10であつた。

# 比較例1.

封止材として充填剤を含有しないポリウレタ

ン 8 0 g を用いた他は実施例 2 と同様にモジュールを作製し、評価したが、He/N<sub>2</sub>混合ガスを30 Kg/cd 負荷したところリークが発生した。

### (発明の効果)

以上の様な本発明の中空糸膜端部の封止方法により、中空糸膜モジュールの信頼性、長期耐久性 を大幅に向上させることが可能となつた。

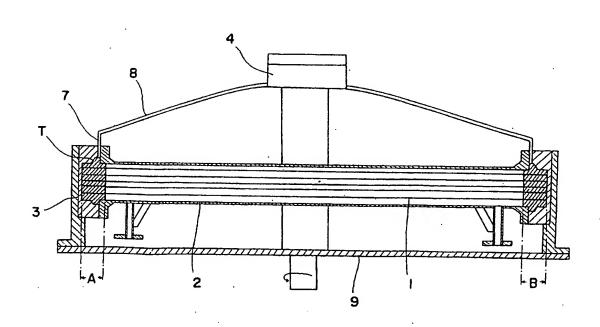
# 4.図面の簡単な説明

第1図は本発明の中空糸膜端部の封止方法を説明する図、第2図は第1図の本発明の方法によって得られたものを用いた中空糸膜モジュールの縦断正面図を夫々例示している。

- (1) … 中空系膜、(2) … 本体压力容器、
- (3) … ポッティングケース幅部、
- (4)…充填剤含有硬化型液状シリコーンゴム、
- (5) … 充填削、(6) … シリコンゴム、(7) … 導入口、
- (8)…パイプ、(9)…回転板、 (T)…テーバー

代理人 弁理士 吉 竹 昌 司(学)





第 2 図

